

РОСКОММССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,  
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНИКАМИ ПРИ МИНСЕЛЬХОЗЕ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ  
В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

ЧАСТЬ XIV-я

Москва - 1984

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава СССР, а также ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий Минсельхоза СССР и лабораторий других Министерств и ведомств, занимающихся анализом остаточных количеств пестицидов и биоспрепаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде.

Срок действия временных методических указаний устанавливается до утверждения гигиенических регламентов.

Методические указания апробированы и рекомендованы в качестве официальных группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками при МСХ СССР.

Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИМПиТМ им. Марциновского Е.И. и лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

#### РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ :

Л.Г. Александрова, Д.В. Гиренко, А.А. Калинина (секретарь),  
М.А. Клисенко (председатель), Г.И. Короткова, Г.А. Ххолькова (зам. председателя), В.Е. Кривенчук.

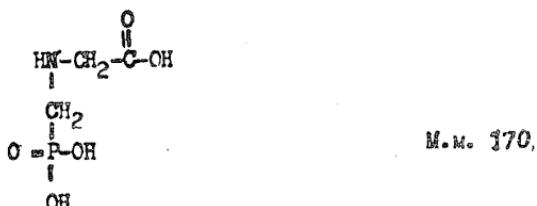
"Утверждаю"

Заместитель Главного Государственного  
санитарного врача СССР

А.И.Занченко

"24" августа 1983 г.  
№ 2854-83

ВРЕМЕННЫЕ  
Методические указания  
по хроматографическому измерению концентрации  
раундапа в воздухе рабочей зоны



Раундап (синоним-глифосат, действующее начало - *N*-фосфонометилглицин) - белое кристаллическое вещество, Т. разложения 230°С. Растворимость в воде при 25°С - 1%. Плохо растворим в органических растворителях. Практически не летуч. При применении может находиться в воздухе в виде аэрозоля.

### I. Характеристика метода

1. Определение основано на хроматографировании раундапа в тонком слое ионообменной смолы пластинок "Фиксон 50М" с последующим обнаружением зоны локализации препарата с помощью раствора никтидрина.
2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтр АФ-ХА-20).
3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 1 мкг.
4. Предел измерения в воздухе - 0,5мг/м<sup>3</sup> (при отборе 2л воздуха).
5. Диапазон измеряемых концентраций - 0,5 - 15мг/м<sup>3</sup>.
6. Определение раундапа не имеет соединения, содержание в своем составе первичные и вторичные аминогруппы, давшие цветную реакцию с никтидрином.
7. Граница суммарной погрешности измерения - ± 12%.

8. Ориентировочно безопасный уровень воздействия рауидапа - 1,0мг/м<sup>3</sup>.

## II. Реактивы, растворы, материалы

Рауидап, хч

Вода бидистиллированная

Натрий тетраборнокислый, чда, ГОСТ 4199-76, 0,05М водный раствор (рН 9,18).

Нингидрин, чда, ТУ6-09-2737-73

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79

Кадамб уксусноокислый, чда, ГОСТ 5824-71

Уксусная кислота (делаяная), хч, ГОСТ 61-75

Этиловый спирт, 96%, ТУ6-09-1710-77

Медь азотнокислая (П), хч, ТУ6-09-3757-74

Азотная кислота, хч, ГОСТ 4461-77

Ионообменная смола КУ-2-8, ГОСТ 20298-74

Соляная кислота, хч, ГОСТ 3116-77, 25%-ный водный раствор

Стекловата

Пластинки хроматографические "Фиксион" "50х8" (ВИР)

Ионообменная хроматографическая колонка с КУ-2-8: катионит КУ-2-8, с размером зерен 0,4-1,5мм, помещают в химический стакан ёмкостью 250мл, заливают бидистиллированной водой и оставляют на 24 часа для набухания. Воду затем сливают, а гатионит заливают 25%-ной соляной кислотой и встряхивают на встряхивателе в течение 1 часа, затем промывают трижды бидистиллированной водой и осторожно переносят вместе с водой в хроматографическую колонку (высота столбика смолы 16-17см). Сверху катионит уплотняют тампоном из стекловаты. Через колонку пропускают 50мл 25%-ной соляной кислоты при скорости элюции 3-4мл/мин и промывают бидистиллированной водой до рН 7. Переведенный таким образом в Н<sup>+</sup>-форму катионит готов для проведения хроматографических разделений.

Для регенерации катионита после хроматографического разделения, колонку заливают 10%-ным водным раствором едкого натра, оставляя его в контакте с катионитом в течение 30-40минут. После этого раствор из колонки удаляют, а к катиониту прибавляют свежую порцию раствора гидроксида. Такую обработку катионит проводят 2-3 раза. Затем катионит промывают бидистиллированной водой и переводят в Н<sup>+</sup>-форму, как описано выше.

Повинная доза: 0,05М раствор натрия тетраборнокислого в бидистиллированной воде.

Проявляющий реагент №1: 1%-ный раствор никотинидрина в ацетоне. Стабилен в течение 1 месяца при хранении в холодильнике.

Проявляющий реагент №2: 1г кадмия уксуснокислого в смеси 50мл ледяной уксусной кислоты и 100мл воды. Стабилен в течение 1 месяца при хранении в холодильнике.

Проявляющий реагент №а: 0,2% раствор никотинидрина в этаноле и 3мл ледяной уксусной кислоты. Стабилен в течение 1 месяца при хранении в холодильнике.

Проявляющий реагент №а: 1мл насыщенного водного раствора меди азотнокислой с 0,2мл 10%-ной азотной кислоты доводят до 100мл этиловым спиртом. Стабилен в течение 1 месяца при хранении в холодильнике.

Стандартный раствор рауидата в дистиллированной воде концентрации 1000мкг/мл. Готовят из хч препарата. Стабилен в течение 1 месяца, при хранении в холодильнике.

### III. Приборы и посуда

Денситометр БЛАН-170, модель 714

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77

Фильтродержатели

Фильтры АФА-ХЛ-20

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, на 100, 1000мл

Колбы конические, ГОСТ 10394-72, на 50мл

Колбы круглодонные, ГОСТ 10394-72, на 250мл

Стаканы химические, ГОСТ 10394-72, на 100, 250мл

Пипетки, ГОСТ 20292-74, на 0,1, 1, 2, 5мл с делениями

Баня водяная, ТУ 46-22-608-75

Ротационный испаритель, ТУ 25-И-917-76, тип ИР-ДМ

Камера для хроматографирования, ГОСТ 1065-75

Банка терmostатируемая для хроматографической камеры

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 19391-74

Хроматографическая колонка (внутренний диаметр 1,5см, высота 30см),

Камера для опрыскивания

Микроприц МШ-10

Шкаф сушильный

Вентилятор или фен

Встряхиватель, ТУ 64-1-1081-73, тип АВУ-1

#### IV. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 2л/мин аспирируют через фильтр АГА-ХА-20. Для определения 1/2 ОБУВ рационально отобрать 2л.

#### У. Установка анализа

Фильтры переносят в коническую колбу на 50мл и экстрагируют трижды по 10мл бидистиллированной воды. Экстрагируют глиссат при периодическом встряхивании в течение 10-15 минут. Объединенные экстракты вводят в хроматографическую колонку непосредственно на поверхность катионита. Открывают кран колонки и собирают элюат в химический стакан на 100мл. После того, как экстракт войдет в слой смолы, промывают колонку еще 50мл бидистиллированной воды и собирают в тот же стакан. Переносят содержимое стакана в круглодонную колбу на 250мл, ополаскивают стакан еще 10-15мл бидистиллированной воды и переносят в ту же колбу. Подсоединяют колбу к прибору для отгонки растворителя под вакуумом и, нагревая на водяной бане не выше 40<sup>0</sup>С, отгоняют воду, при этом температуру бани медленно поднимают до 40<sup>0</sup>С. Сухой остаток растворяют в минимальном количестве бидистиллированной воды и количественно наносят "микрошприце" или микропипеткой, последней предпочтительнее, на пластинку "Фиксион 50х8" на 2см от края пластиинки не повреждая слоя смолы и пятном не более 0,5см в диаметре, подсушивая рассеянной струей воздуха. Пластиинку помещают в хроматографическую камеру с 1см слоем 0,05М раствора натрия тетраборнокислого в бидистиллированной воде. Хроматографическую камеру предварительно помещают в термостатирующую водяную ванну (50<sup>0</sup>С). Термостатирование осуществляют на все время развития хроматограммы восходящим способом. Хроматографическую камеру в ванну устанавливают под небольшим наклоном, чтобы конденсирующиеся на крышке камеры водяные капли стекали с нее по стенке камеры, не попадая на хроматографическую пластиинку. Для этого достаточно подложить под одну из сторон камеры стеклянный валик  $\delta$  1см.

После окончания хроматографирования (около 90минут), пластиинку высушивают на воздухе и обрабатывают проявляющими растворами. Проявление проводят двумя возможными вариантами ; 1). обрабатывают пластиинку смесью проявляющих растворов I и 2 (5:1 по объему), высушивают на воздухе, а затем в сушильном шкафу 5мин при температуре 110<sup>0</sup>С; 2). обрабатывают пластиинку проявляющим реагентом Га, высушивают на воздухе и в сушильном шкафу 5 мин, при температуре

ре  $\text{HgO}^6\text{C}$ , а затем обрабатывают проявляющим реагентом 2а.

Расход всех реагентов для обработки хроматограмм должен быть минимальным, а струя растворов - рассеянной. Раундап проявляется в виде розовато-красных пятен на светло-желтом фоне пластиинки ( $R_f = 0,82$ ).

Содержание вещества в пробе находят по калибровочному графику, отражающему зависимость площади пятна от концентрации раундапа в пробе  $[S_{\text{пл}}^2 = f(c)]$ . Для построения калибровочного графика поступают следующим образом. На ряд пластиинок наносят стандартные растворы раундапа с содержанием 1; 2; 5; 10; 20; 30 мкг вещества. Развивают и обрабатывают хроматограммы, как описано выше. Затем в отраженном свете при помощи денситометра БИАН-170 снимают денситограмму площади пятен и строят график зависимости площади пятна от концентрации раундапа. Линейная зависимость функции  $S_{\text{пл}}^2 = f(c)$  сохраняется в пределах 1 - 30 мкг.

Определяя денситометрически площадь исследуемого пятна, по графику находят содержание раундапа в пробе.

Концентрацию раундапа в воздухе ( $X$ ) в  $\text{мг}/\text{м}^3$  рассчитывают по формуле

$$X = \frac{y}{20} \quad \text{где:}$$

$y$  - количество раундапа найденное в пробе, мкг;  
 $V_{20}$  - объем пробы воздуха, отобранного для анализа и приведенного к стандартным условиям, л.

## VI. Требования безопасности

Соблюдать правила предосторожности необходимые при работе с ядовитыми, взрыво- и легковоспламеняющимися веществами.

## VII. Разработчики.

Бунятян В.А., Геворгян А.А.,  
 Армянский филиал ВНИИГИЯТОКС-а, г. Ереван

## СОДЕРЖАНИЕ

I. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ В  
ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ:

	стр.
Агелона и ситрина . . . . .	3
Актеллика и примисида . . . . .	8
Алара . . . . .	13
Бензоилпропиатла и этилового эфира N-3,4-дихлор- фенилаланина . . . . .	17
Беномида и БМК . . . . .	22
Бентазона . . . . .	30
Биоресметрина . . . . .	35
Болстара . . . . .	40
Бронокота . . . . .	48
Бутилкаптакса . . . . .	52
Бутокарбоксима . . . . .	59
Гидрела . . . . .	63
ГМК-Na . . . . .	66
Даконила . . . . .	70
Диазинона, эптами, гамма-изомера ГХГ, фенмединифама, ленапила, фосфамида и пиразона . . . . .	77
Дигидрела . . . . .	89
Дикват . . . . .	93
Зоокумагина . . . . .	97
Карбодурана . . . . .	100
Крочетона . . . . .	104
Менида и 3-хлор-4-метиленпилина . . . . .	108
Метазина и компонентов тиробицидной смеси "карагард" .	113
Митака . . . . .	118
Офунака . . . . .	124
Пликтрана . . . . .	128
Ратиндана . . . . .	132
Раундана . . . . .	138
Роврала . . . . .	143
Розалина . . . . .	148
Синтетических пяретроидов (амбуш, декс, рипкорд, суминидин) . . . . .	154
Стомпа . . . . .	161

	стр.
Сумилекса . . . . .	166
Томилона . . . . .	173
Триморфамида . . . . .	180
Фекама-трибуфона . . . . .	186
Фталана . . . . .	192
Препарата 242 и металлилхлорида (МХ) . . . . .	200
Хостаквика . . . . .	206
Эдила . . . . .	210
 П. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЬЙ СРЕДЕ	
 Хлорогранические пестициды	
Методические указания по определению остаточных количество гексахлорана (линдана) в сушеном картофеле полярографическим методом . . . . .	218
 Фосфорогранические пестициды	
Методические указания по определению дифоса (абата) в продуктах животного происхождения методом тонкослойной хроматографии . . . . .	218
Методические указания по определению метафоса, фосфамида и хлорофоса в сушеных овощах и плодах (картофель, морковь, петрушка, яблоки, груши, слива) методами тонкослойной и газо-жидкостной хроматографии . . . . .	223
Временные методические указания по определению метилнитрофоса, фенитрооксона и п-нитрокрезола в лесной растительности и почве тонкослойной хроматографией . . . . .	241
Методические указания по определению трихлорметафоса- З и его метаболитов в биоматериале методом газо- жидкостной хроматографии . . . . .	252

## Автоодержание пестицидов

	стр.
Методические указания по хроматографическому определению буторакбоксона в почве, воде и растительном материале . . . . .	260
Методические указания по определению 1МК-На, гидрела, дигидрела методом спектрофотометрии в воде, растительном материале (томаты, блоки, свекла). . . . .	267
Временные методические указания по определению лонтре-ла в воде, почве и растениях методом газо-жидкостной хроматографии . . . . .	275
Временные методические указания по определению павлана методом газо-жидкостной хроматографии в почве, табаке и в табачном дыме . . . . .	285
Временные методические указания по определению розалина в растительных объектах, воде и почве хромато-спектрофотометрическим методом . . . . .	296
Методические указания по определению трефлана в воде, почве, томатах и капусте методом УФ-спектро-Фотометрии с использованием тонкослойной хроматографии . . . . .	305
Методические указания по фотометрическому определению эдила в воде, растительном масле, семенах подсолнечника, траве . . . . .	311
Методические указания по определению остаточных количеств пинеба в сушених овощах и плодах фотометрическим методом . . . . .	317
Биопрепараты	
Временные методические указания по определению остаточных количеств препарата вирин-диприона на растительных объектах ИФ-методом . . . . .	325
Временные методические указания по определению остаточных количеств биопрепарата вирин-КШ на растительных объектах иммуно-флуоресцентным методом. . . . .	331